

- 7) 19委-6334 池内委員 東北金属工業株式会社
(高梨)
- 8) 19委-6498 浅原委員 東都製鋼株式会社(若松,
樋口)
- 9) 19委-6499 松林委員 日曹製鋼株式会社新発田工
場(鳥羽, 吉沢)
- 10) 19委-6500 蔭山委員 川崎製鉄株式会社葺合工場
(針間矢)
- 11) 19委-6501 上野委員 日本砂鉄鋼業株式会社
(松原, 清水, 松島)
- 12) 19委-6502 絹川委員 日本ステンレス株式会社
(斎藤, 竹谷, 新保)
- 13) 19委-6503 川畑委員 日本冶金工業株式会社
- 14) 19委-6504 池内委員 東北金属工業株式会社
(高梨)
- 15) 19委-6505 志村委員 三菱鋼材株式会社(町井,
岩井, 佐藤)
- 16) 19委-6506 水野委員 日本金属工業株式会社川崎
工場
- 17) 19委-6635 池内委員 東北金属工業株式会社
(松原, 高梨)
- 18) 19委-6636 浅原委員 東都製鋼株式会社

塩基性鋼滓中のリン定量法(吸光光度法)

(1-アミノ, 2-ナフトール

4-スルホン酸還元モリブデン青法)

(昭和37年12月11日決定)

昭和33年12月株式会社日本製鋼所室蘭製作所が塩基性鋼滓中のリンを簡単迅速に定量する目的で提案したものであり、発色のための加熱を要しないことが特徴となっている。富士製鉄株式会社室蘭製鉄所、日曹製鋼株式会社東京工場、大同製鋼株式会社の検討の結果良好なことが認められ、昭和37年日本製鋼所室蘭製作所で案文し、昭和37年12月11日決定した。

1. 要 旨

試料を王水で加熱分解したのち、過塩素酸を加えて白煙処理する。ケイ酸を濾別し、濾液の一部にモリブデン酸アンモニウム溶液および1-アミノ, 2-ナフトール, 4-スルホン酸を加えて発色せしめ、生じたモリブデン青の吸光度を測定する。

2. 操 作

試料0.1g(備考1, 2)を100mlビーカーにはかりとり、少量の水で湿してから王水3mlを加えて加熱分解する。これに過塩素酸(60%以上)5mlを加え、時計ザラで蔽い濃厚な過塩素酸の白煙を発生させ、ビーカー内部が透明になつてからさらに加熱を続け大部分の過塩素酸を蒸発させてケイ酸を脱水する。放冷後温水約40ml加えて振りまぜ塩類を溶解し、濾紙No.5Aを用いて100mlメスフラスコに濾過し温水で4~5回洗浄する。

流水中で室温まで冷却し、水を用いて正しく標線までうすめよく振りまぜる。これより正しく10ml(備考3)を100mlメスフラスコに分取し、水を加えて液量を約80mlにする。

つぎにモリブデン酸アンモニウム溶液(備考4)10mlを加えて振りまぜ2~3分間静置したのち、1-アミノ, 2-ナフトール, 4-スルホン酸溶液(備考5)5mlを加え水で標線まで希釈して振りまぜる。液温を20~30°Cに保ち10分間静置して発色させる(備考6)。

その一部をセル(備考7)にとり波長820m μ (備考8)における吸光度をはかり、あらかじめ作製してある検量線(備考9)を用いてリン量を決定する。

備 考

1. この方法は通常塩基性鋼滓中に含まれている程度の共存元素は影響しない。ただしチタン1mgおよびバナジウム0.1mg以上が共存すると妨害する。

2. 分解困難な試料は、試料を白金皿にはかりとり、塩酸(1+1)10mlまたは硝酸(1+1)10mlとフッ化水素酸(46%)5mlを加えて加熱分解し、これに過塩素酸(60%以上)5mlを加えて白煙処理すればよい。

3. 五酸化リンが500 μ g以下になるように分取する。ただし、1%以下のときは20mlを分取する。

4. モリブデン酸アンモニウム溶液(2%)の調製 特級モリブデン酸アンモニウム20gを温水500mlに溶解し、これを硫酸溶液(水200mlに特級硫酸140mlを加えて冷却する。)に加え、水を加えて1lにうすめる。

5. 1-アミノ, 2-ナフトール, 4-スルホン酸溶液の調製 1-アミノ, 2-ナフトール, 4-スルホン酸0.5gを少量の水でぬり、水200mlを加えよくかきまぜてから特級酸性亜硫酸ナトリウム33gおよび特級亜硫酸ナトリウム(無水)6gを加え静かに加温して溶解する。これを冷却したのち、水で250mlにうすめ褐色ポリエチレン試薬瓶に入れ冷暗所に保存する。この試薬は少くとも10日間は安定である。

6. 放置時間によつて吸光度がわずかではあるが変化するので注意しなければならない。

7. 使用する光度計の種類によつて異なるが、20mmのセルが適当である。

8. モリブデン青の吸収極大は820m μ 付近にあるので、分光光度計を使用する場合は820m μ 、濾光板式光度計ではこの付近のフィルターを用いればよい。

9. 検量線の作成

リン標準溶液(P₂O₅として0~500 μ g)をそれぞれ100mlメスフラスコにとり、水で約80mlにうすめこれにモリブデン酸アンモニウム溶液(2%)10mlを加え以下本文にしたがつて操作し、リン量と吸光度との関係曲線を作成して検量線とする。

文 献

- 1) 19委-5189 小林委員 株式会社日本製鋼所室蘭製作所(前川, 米山, 藤森)
- 2) 19委-5659 村田委員 富士製鉄株式会社室蘭製鉄所(森本, 杉森, 水野)
- 3) 19委-5858 垣内委員 日曹製鋼株式会社東京工場(鈴木, 満仁, 川上)
- 4) 19委-5858 浅田委員 大同製鋼株式会社(足立)
- 5) 19委-6971 小林委員 株式会社日本製鋼所室蘭製作所